### TONER FOR DEVELOPMENT

Publication number: JP2000089503
Publication date: 2000-03-31

Inventor: YUSA HIROSHI; KASUYA TAKASHIGE; KARAKI YUKI;

YOSHIDA SATOSHI

Applicant: CANON KK

Classification:

- international: G03G9/08; G03G9/08; (IPC1-7): G03G9/08

- European:

Application number: JP19980260624 19980914 Priority number(s): JP19980260624 19980914

Report a data error here

#### Abstract of JP2000089503

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a toner which suppresses the occurrence of unevenness in density of halftone and ghost and stably gives an image having high image quality independently of an environmental change over a long period of time by adding fine magnesium hydroxide particles to toner particles containing at least a bonding resin and a colorant. SOLUTION: Fine magnesium hydroxide particles are added to toner particles containing at least a bonding resin and a colorant to obtain the objective toner. The fine magnesium hydroxide particles moderately reduce friction produced when the toner passes between a toner regulating member and a toner carrier, a uniform stable thin coat on the toner carrier is formed and sufficient electric charges to the toner are imparted. The average particle diameter of the fine magnesium hydroxide particles used as an additive is preferably 0.3-1.2 &mu m and the particles are preferably added by 0.03-0.5% of the weight of the toner particles.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Partial Translation of JP 2000-89503

Publication Date: March 31, 2000

Application No.: Hei10-260624

Filing Date: September 14, 1998

Applicant: Canon Inc.

Inventor: Hiroshi YUSA

Inventor: Takashige KASUYA

Inventor: Yuki KARAKI

Inventor: Satoshi YOSHIDA

[Claim 4] The toner for development according to claim 3, wherein the hydrophobic treatment is a treatment using an organic fatty acid or an organic fatty acid salt.

[Claim 6] The toner for development according to any one of claims 1 to 5, further comprising one or more kinds of fine inorganic particles selected from among silica, alumina, and titania, or a multiple oxide thereof having an average primary particle diameter of not more than 30 nm.

# [0036]

[Example] Hereinafter, the present invention will be more specifically described with examples and comparative examples, however, the invention is not limited to these examples.

(Example 1)

\* styrene-n-butyl acrylate-maleic anhydride copolymer (peak molar weight:

30,000, Tg: 60 °C) 100 parts by mass

- \* magnetic substance (iron oxide) 100 parts by mass
- \* low molecular weight polyethylene wax 3 parts by mass
- \* negative electrification controlling agent (azo type iron complex) 2 parts by mass

The above mentioned materials were melted and kneaded by a twin-screw extruder heated at 130 °C, the cooled and solidified kneaded material was pulverized coarsely by a hammer mill, and after fine pulverization of the coarse powder by a jet mill, the obtained fine powder was classified by an fixed wall type air classifier to generate classified powder. Then, ultra fine powder and coarse powder in the obtained classified powder were classified and removed simultaneously and strictly by a multi-division classification apparatus using Coanda effect (manufactured by Nittetsu Mining. Co., Ltd, Elbow Jet Classifier), to obtain magnetic toner particles having negative electrification property and having a weight average particle diameter (D4) of 6.7 µm.

[0037] Next, 0.2 part by mass of fine magnesium hydroxide particles surface-treated by stearic acid (average particle diameter: 0.7 µm), 1.2 parts by mass of hydrophobic silica hydrophobic-treated by dimethyl silicone oil and hexamethyldisilazane (primary average particle diameter: 16 nm), and 0.1 part by mass of spherical fine resin particles made of melamine-formaldehyde resin (average particle diameter: 0.2 µm) were added to 100 parts by mass of the above mentioned magnetic toner particles,

and the whole was mixed by a Henschel Mixer to prepare a toner 1 for development of the example.

[0038] The toner 1 prepared above was applied to a developing apparatus 140 having a structure shown in Figure 2, an image was formed by an image forming apparatus having the developing apparatus 140 shown in Figure 1, and evaluated. A specific structure of the developing apparatus will be described by reference to Figure 2. First, as for a toner carrier (a developing sleeve) 102, a toner carrier which was prepared by setting a film of electrically conductive resin on a sleeve surface of a aluminum cylindrical crude tube (external diameter: 20 mm) which was treated only by drawing process and embedded a quadrupole magnet 104 having a magnetic flux density of a developing pole of 90 mT inside the tube, was used. An average surface roughness of the toner carrier 102 was Ra = 1.1 µm. Furthermore, as for a toner regulating member 103 for forming a thin coat of the toner by contacting on the above mentioned toner carrier 102, a silicone rubber blade of 1.5 mm thickness setting at 1.0 mm nip end was used.

[0039] 200 g of toner 1 obtained above was filled up in a toner container 105 of the developing apparatus 140 having the above mentioned structure, and when a toner carrier 102 was idled at a circumferential speed of 120 mm/sec, it can be ascertained that rotation was stable and even sufficiently and a thin layer of the toner was formed even low torque. Furthermore, when an amount of electrification of the toner on the sleeve was measured after one minute of idling, it was -13.5 mC/kg and sufficient electrification was

ascertained.

[0040] Furthermore, as shown in Figures 1 and 2, a photoreceptor 100 is set to face the above mentioned toner carrier 102, an OPC drum of 40 mm diameter was used for the photoreceptor 100, the drum was set at 300 µm distance of closest approach to the toner carrier 102. Furthermore, as shown in Figure 1, a primary electrification roller 117, an exposure means 121, and a transfer roller 114 were placed around the photoreceptor 100. Laser beam 123 was used for the exposure means 121, and a latent image was formed at 600 dpi on the photoreceptor 100 by the beam. At the time, electric potentials of the latent image on the photoreceptor 100 were set at -500 V of electric potential of a dark part and at -150 V of electric potential of a light part, respectively. The above mentioned photoreceptor 100 and toner carrier 102 were rotated at circumferential speeds of 95 and 120 mm/sec, respectively, and an alternating voltage of a direct-current component of -350 V, Vpp = 1,600 V, and a frequency of 2,300 Hz was applied with a rectangular wave as a developing bias.

[0041] Under the above mentioned condition, a printing test of 3,000 pieces was performed under an environment of 23 °C / 60 %, and the toner for development 1 was evaluated regarding the following items. Evaluation results were shown in Table 2 together, and results were good in all items.

[0042] <Uniformity evaluation of a halftone image> Using the above mentioned developing apparatus, halftone images having printing rates of

50, 25, and 13% shown in Figure 4 were printed, respectively, uniformities of halftone images were observed visually and evaluated according to the following standards. The evaluation results were shown in Table 2. (Visual evaluation standards) The evaluation was performed according to the following standards: when a halftone image was observed visually, a image in which density unevenness such as pitch unevenness and haze are not found at all is  $\circledcirc$ , a image in which the density unevenness is slightly found is  $\bigtriangleup$ , and a image in which the density unevenness is found a lot is  $\times$ .

[0043] <Sleeve ghost evaluation> As shown in Figure 5, an image holding halftone solid color on a whole area was printed under a block shaped solid black image having a length of the circumference of the toner carrier, then a density difference of sleeve ghosts was calculated and the evaluation was performed using the value. Namely, it is shown that a larger value of the density difference is more remarkable occurrences of the sleeve ghosts.

[0044] <Contamination of developing sleeve and photoreceptor>
Contaminations of the developing sleeve and the photoreceptor after printing test were visually checked and evaluated according to the following ranks.

©: contamination does not occur at all.

O: very slight contamination is observed, however, it does not have any effect on an image at all.

△: contamination have a few effect on an image, however, it is a level of no problem for practical use.

×: image deterioration by contamination is remarkable.

[0045] (Example 2) Except that the fine magnesium hydroxide particles used in example 1 was changed to 0.05 part by mass of fine magnesium hydroxide particles surface treated by a silane coupling agent (average particle diameter: 0.2 µm), a toner 2 was prepared in the same manner as example 1. When an evaluation was performed in the same manner as example 1 using the obtained toner 2, as shown in Table 2, good results which could stand comparison with example 1 were obtained, however, an occurrence of toner fusing was observed on the photoreceptor after 3,000 pieces printing. However, an effect on the image was not observed and it was a level for practical use.

[0046] (Example 3) Except that the classified toner particles had a weight average diameter of 10.4 µm, toner particles were obtained in the same manner as example 1. Except that the fine magnesium hydroxide particles used in example 1 were changed to 0.4 part by mass of fine magnesium hydroxide particles which were not surface-treated (average particle diameter: 1.5 µm) and the spherical resin particles were not added, a toner 3 was prepared in the same manner as example 1. When an evaluation was performed in the same manner as example 1 using the obtained toner 3, as shown in Table 2, the results were a little bit worse when the results were compared to the case of example 1, but were good enough.

[0047] (Comparative example 1) Except that the fine magnesium hydroxide

particles and the spherical fine resin particles made of melamine-formaldehyde resin used in example 1 were not added and the obtained toner had a weight average particle diameter (D4) of 10.4 µm, a comparative toner 1' was prepared in the same manner as example 1. When an evaluation was performed in the same manner as example 1 using the comparative toner 1' obtained above, the developing sleeve was not rotated in the same low torque region as example 1. Therefore, 1.5 times torque was applied, however, sufficiently stable and even rotation was not obtained and a stable toner thin layer could not be obtained. Furthermore, when an amount of electrification of the toner on the sleeve was measured after one minute idling, the amount of electrification was -5.2 mC/kg and was not enough in comparison with the toner 1. In the image evaluation, the results of both halftone image uniformity and ghost were not enough as shown in Table 2.

[0048] (Comparative examples 2 to 4) Except that silica, alumina, and magnesium oxide were added as shown in Table 1, respectively, in place of the fine magnesium hydroxide particles used in example 1, that the spherical fine particles made of melamine-formaldehyde resin were not added, and that the obtained toner had a weight average particle diameter (D4) of 10.4 µm, comparative toners 2' to 4' were prepared in the same manner as example 1. When evaluations were performed in the same manner as example 1 using the comparative toners 2' to 4' obtained above, the developing sleeve was not rotated in the same low torque region as example 1 in each case. Therefore, 1.5 times torque was applied, however,

sufficiently stable and even rotations were not obtained and stable toner thin layers could not be obtained similarly to comparative example 1.

Furthermore, when amounts of electrification of the toners on the developing sleeve were measured after one minute idling, as shown in Table 2, the amounts of electrification were not enough in comparison with the toner 1. In image evaluations, as shown in Table 2, results of both uniformity of halftone image and ghost were not enough.

# [0049]

(Example 4)

- \* polyester resin (peak molecular weight: 20,000, Tg: 67 °C) 100 parts by mass
- \* carbon black 8 parts by mass
- \* low molecular weight polypropylene wax 4 parts by mass
- \* negative electrification controlling agent (metal salicylate compound ) 2
  parts by mass

The above mentioned materials were melted and kneaded by a twin-screw extruder heated at 130 °C, the cooled and solidified kneaded material was pulverized coarsely by a hammer mill, and after fine pulverization of the coarse powder by a jet mill, the obtained fine powder was classified by an fixed wall type air classifier to generate classified powder. Then, ultra fine powder and coarse powder in the obtained classified powder were classified and removed simultaneously and strictly by a multi-division classification apparatus using Coanda effect (manufactured by Nittetsu

Mining. Co., Ltd, Elbow Jet Classifier), to obtain magnetic toner particles having negative electrification property and having a weight average particle diameter (D4) of 9.2 µm.

[0050] 0.2 Part by mass of fine magnesium hydroxide particles surface-treated by stearic acid (average particle diameter: 0.7 µm) and 0.6 part by mass of hydrophobic titanium oxide hydrophobic-treated by hexamethyldisilazane (primary average particle diameter: 12 nm) were added to 100 parts by mass of the above mentioned nonmagnetic toner particles, and the whole was mixed by a Henschel Mixer to prepare a toner 4 for development of the example.

[0051] The toner 4 prepared above was applied to a developing apparatus 140 having a structure shown in Figure 3, and an image was formed by an image forming apparatus having the developing apparatus 140 shown in Figure 1 and evaluated. A specific structure of the developing apparatus will be described by reference to Figure 3. First, as for a toner carrier (a developing sleeve) 102, a medium-resistance rubber roller made of urethane foam (external diameter: 20 mm) was used. Furthermore, as for a toner coating means, a coating roller 142 applied with a direct current bias was used. Furthermore, as for a toner regulating member 103 for forming a thin coat of the toner by contacting on the above mentioned toner carrier 102, a resin coated stainless steel elastic blade was used.

[0052] 200 g of toner 1 obtained above was filled up in a toner container 105

of the developing apparatus 140 having the above mentioned structure, and when a toner carrier 102 was idled at a circumferential speed of 120 mm/sec, it could be ascertained that rotation was stable and even sufficiently and a thin layer of the toner was formed even low torque. Furthermore, when an amount of electrification of the toner on the sleeve was measured after one minute of idling, it was -19.7 mC/kg and it was ascertained that the toner was sufficiently electrified. Furthermore, except that an image was formed under a condition where the toner carrier 102 and the photoreceptor 100 were placed in contact with each other as shown in Figure 3, an image was formed in the same manner as example 1 and the same evaluation as example 1 was performed. As a result, as shown in Table 2, the result was a little bit worse when the result was compared to the case of example 1, but was good enough.

[0053]

[Table 1] Table 1: Composition and the like of toners for development

	toner	toner average	additive		
		diameter (µm)	magnesium hydroxide	inorganic particles	resin particles
Į ƏĮ	toner 1 (magnetic)	6.7	hydrophobic-treated by stearic acid	silica hydrophobic-treated melamine-formaldehyde by dimethyl silicone oil + resin	melamine-f
ďΨ			rticle diameter:	HMDS*	shape: spherical
,xa				primary average particle	average particle diameter:
ञ			amount of addition: 0.2 part diameter: 16 nm	diameter: 16 nm	0.2 µm
	toner 2	6.7	hydrophobic-treated by a	amount of addition: 1.2	amount of addition: 0.1 part
7	(magnetic)			parts	
əĮc			average particle diameter:		
lw			0.2 µm		
xs			amount of addition: 0.05		
H			part		
8	toner 3	10.4	hydrophobic-treatment:		none
oje	(magnetic)		none		
luı			average particle diameter:		
вх			1.5 µm		
E	_		amount of addition: 0.4 part		
	toner 4	9.2	hydrophobic-treated by	TiO <sub>2</sub> hydrophobic-treated	none
₽	(nonmagnetic)	_		by HMDS	
-ə[c			e particle diameter:	primary average particle	
lw			0.7 µm	diameter: 12 nm	
вх			amount of addition: 0.2 part amount of addition: 0.6	amount of addition: 0.6	
H				part	

one	none	none	none	
silica hydrophobic treated none by dimethyl silicone oil + HMDS* primary average particle diameter: 16 nm amount of addition: 1.2	parts	Į A		
none	none, silica was added instead. average particle diameter: 0.5 µm amount of addition: 0.2 part	none, alumina was added instead. average particle diameter: 0.5 µm amount of addition: 0.2 part	none, magnesium oxide was added instead. average particle diameter: 0.5 µm amount of addition: 0.2 part	
10.4	10.4	10.4	10.4	
comparative toner 1' (magnetic)	comparative toner 2' (magnetic)	comparative toner 3' (magnetic)	comparative toner 4' (magnetic)	
Comparative example 1	Videragmo Selqmaxe e	Comparative examples	Comparative example4 2 3 2	

\*HMDS: hexamethyldisilazane

[0054]

[Table 2] Table 2: Evaluation result

	low torque toner		amount of electrification of halftone image uniformity	halftc	ne i	imag		difference	difference contamination
	idling	coating	coating toner after one minute idling visual evaluation	visua	leva	alua		of sleeve	sleeve of developing
	condition	condition	(mC/kg)	50% 2	5% 1	3% C	ent	ghost	sleeve and
ļ								sities	photoreceptor
E	stable	0	-13.5	0 0	0		very good in all 0.01	0.01	0
ρĮd	rotation with					Ω	patterns		
uı	little					<u> </u>			
Exe	resistance			-		_			
	stable	0	-14.4	0	0		very slight pitch 0.03	0.03	◁
	rotation with					<u> </u>	unevenness in		after 3,000
əje	little					ည	50 % pattern		prints, a toner
Iur	resistance								fusing on a
Exs Exs									photoreceptor
3 [									was observed
e	practical use		-7.8	<u>⊲</u> ⊲		₫ ∇	practical use 0.04	0.04	0
olq	level with					<u> </u>	evel with density		
we	considerable						unevenness in all		
Exs						<u>α</u>	patterns		
ŧ	stable	0	-19.7	4		₫	practical use 0.01	0.01	0
olq.	rotation with					<u> </u>	evel with density		
នយ	some					2	unevenness in all		
₹ X∃	resistance					<u> </u>	patterns		

	<u>,                                      </u>		
0	0	0	0
0.12	0.14	0.08	0.09
all	all	all	
density unevenness occurred in patterns	density unevenness occurred in patterns	density unevenness occurred in patterns	density unevenness occurred in patterns
×	×	×	×
x	×	×	x
×	×	×	×
-5.2	÷.	-5.3	-6.1
×	×	×	×
applying 1.5 x times torque made a rotation, still rotation was uneven	applying 1.5 times torque made a rotation, still rotation was	applying 1.5 times torque made a protation, still rotation was uneven	applying 1.5 times torque a a rotation, still a rotation was uneven
Comparative	Comparative	Comparative	Comparative

[9900]

Effect of the Invention Substantially as described above, according to the invention, using a toner to which fine magnesium hydroxide particles were added, a toner for development in which resistance to a rotation member in a toner supply member of developing is reduced, an even and stable thin coat of a toner is able to be form by applying even low torque, and further sufficient electrification is achieved to the toner, so that a high reproducible and high quality image in which the occurrence of unevenness in density of halltone and ghost is suppressed is able to obtain is provided.

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-89503

(P2000-89503A)

(43)公開日 平成12年3月31日(2000.3.31)

(51) Int.Cl.7

G 0 3 G 9/08

識別記号

FΙ

G 0 3 G 9/08

テーマコード(参考) 2H005

374 371

372

審査請求 未請求 請求項の数10 OL (全 12 頁)

(21)出願番号

特願平10-260624

(71)出願人 000001007

キヤノン株式会社

(22)出顧日 平成10年9月14日(1998.9.14)

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(72)発明者 遊佐 寛

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ

ノン株式会社内

(72)発明者 粕谷 貴重

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ

ノン株式会社内

(74)代理人 100077698

弁理士 吉田 勝広 (外1名)

最終頁に続く

### (54) 【発明の名称】 現像用トナー

### (57)【要約】

【課題】 現像の際のトナー供給部において、現像スリーブを回転させる回転部にかかる抵抗が軽減され、トナー担持体やトナー規制部材等へのトナーの融着や凝集固着が発生することなく、低いトルクで、均一で安定したトナーの薄層コートが得られ、しかもトナーに対して充分な帯電を達成できる結果、ハーフトーンの濃度むらやゴーストの発生が抑えられた、環境変動に対しても、耐久においても、高画質画像が安定して得られる優れたトナーを提供すること。

【解決手段】 結着樹脂及び着色剤を少なくとも含有するトナー粒子に、水酸化マグネシウム微粒子が外添されていることを特徴とする現像用トナー。

10

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも結着樹脂及び着色剤を含有するトナー粒子に水酸化マグネシウム微粒子が外添されていることを特徴とする現像用トナー。

【請求項2】 水酸化マグネシウム微粒子の平均粒径 が、 $0.3\sim1.2~\mu$  mの範囲内にある請求項1 に記載の現像用トナー。

【請求項3】 水酸化マグネシウム微粒子が、疎水化処理されている請求項1又は請求項2に記載の現像用トナー。

【請求項4】 疎水化処理が、有機脂肪酸又は有機脂肪酸塩を用いた処理である請求項3に記載の現像用トナー

【請求項5】 水酸化マグネシウム微粒子の添加量が、トナー粒子に対して0.03~0.5質量部の範囲内にある請求項1~請求項4のいずれか1項に記載の現像用トナー。

【請求項6】 更に、平均一次粒径30nm以下のシリカ、アルミナ、チタニア、或いは、その複酸化物の中から選ばれる1種以上の無機微粉体を含有する請求項1~請求項5のいずれか1項に記載の現像用トナー。

【請求項7】 無機微粉体が、少なくともシリコーンオイルで疎水化処理されている請求項6に記載の現像用トナー。

【請求項8】 更に、平均粒径 $0.1\sim1.0\mu$ mの樹脂微粒子を含有する請求項 $1\sim$ 請求項7のいずれか1項に記載の現像用トナー。

【請求項9】 樹脂微粒子が、窒素原子を含有する請求 項8に記載の現像用トナー。

【請求項10】  $10.0 \mu$  m以下の重量平均粒径を有する請求項 $1\sim$ 請求項9のいずれか1項に記載の現像用トナー。

### 【発明の詳細な説明】

### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、電子写真法、静電 記録法、トナージェット法等における現像に用いられる 現像用トナーに関する。

### [0002]

【従来の技術】従来、電子写真法としては、米国特許第2,297,691号明細書、特公昭42-23910号公報及び特公昭43-24748号公報等に記載されている如く多数の方法が知られている。一般には、光導電性物質を利用し、種々の手段により感光体上に静電荷像を形成し、次いでこの静電荷像をトナーを用いて現像し、必要に応じて紙の如き被転写材上にトナー画像を転写させた後、加熱、圧力、加熱加圧、或いは溶剤蒸気等により定着して複写物又はプリントを得ている。更に、感光体上に転写されずに残ったトナーは、種々の方法でクリーニングされ、上述の工程が繰り返される。

【0003】近年、コンピュータの出力装置としてのプ 50 一層を均一に保つことは非常に困難であり、ハーフトー

リンターも、電子写真方式のLEDやレーザービームを 光源とするプリンターが市場の主流になっており、小型 化、軽量化、そして高速化、高信頼性が厳しく追求さ れ、更にフルカラー化の需要が急速に高まってきてい る。このような背景から、電子写真装置では様々な点 で、よりシンプルな構成で、高画質を与え、高耐久性を 有することが求められている。その結果、トナーに要求 される性能はより高度になってきている。具体的には、 例えば、現像工程においては、装置の小型化及び軽量化 という観点から、特に最近の小型複写機や小型プリンタ ーでは、キャリヤを必要としない一成分現像方式を採用 したものが主流になっている。又、トナー粒子の粒径に おいては、グラフィック画像等の細線再現性に対する要 求から、特開平1-112253号公報、特開平2-2 84158号公報等に提案されているような、粒径の小 さいトナーが主流となってきている。更に、最近は、デ ジタル化及びフルカラー化の流れが進み、銀塩写真と同 程度の画像再現性を達成するために、ハーフトーンの均 一性が強く求められるようになってきている。

【0004】現像工程において、ハーフトーンの均一性が損なわれる要因としては、トナー供給部におけるトナーの供給及び帯電の不均一が挙げられる。従来より、トナー供給及び帯電の均一化のためには、例えば、特開昭54-43038号公報に記載されているように、現像剤担持体(トナー担持体)である現像スリーブに、現象又は金属製の弾性ブレードを当接させ、この弾性ブレードと現像スリーブとの当接部間にトナーを通過させてトナー層厚を規制させることが、現像スリーブ上に均一なトナーの薄層を形成し、しかも該当接部で起こる摩擦によってトナーに充分なトリボを付与できる手段として有効であることが知られている。しかしながら、この場合に、トナーの充分な帯電、及びトナーの均一で安定した薄層コートを得ようとすると、トナーの層厚規制部材

(弾性ブレード)での拘束、押圧によるトナー薄層化の際の機械的・熱的ストレスの繰り返しが必要になるため、トナー担持体やトナー規制部材等へのトナーの融着や、トナーの凝集固着が発生するという問題が生じ、又、現像スリーブを回転させるために高いトルクが必要となる。この場合にトルクが不足すると、ピッチムラが発生し易くなるため、高いトルクを実現し得る装置が必要となり、上記の方式は、この点で最近の装置の小型化及び簡素化の傾向に対しては不利である。

【0005】一方、トナーの構成面からは、トナー粒子への外添剤として様々な有機及び/又は無機の微粉体を添加することが提案されている。しかしながら、現像スリーブ上へのトナー層の形成は、環境状態、トナーの物性、トナー担持体(現像剤担持体)やトナー規制部材等の表面の物性等に依存するため、環境変動にかかわらず、或いは、繰り返し画像を形成する耐久を通じてトナー層を物でに保ってよけま常に困難であり、ハーストー

ンの濃度むらやゴーストが発生しない状態を維持させる ことは難しく、近年の、写真画像に近い画質の画像再現 性や、耐久に対する高度な要求に対しては、未だ改良の 余地がある。

#### [0006]

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は、上記従来技術の問題点を解決したトナーを提供することにある。即ち、本発明の目的は、現像の際のトナー供給部において、現像スリーブを回転させる回転部にかかる抵抗が軽減され、トナー担持体やトナー規制部材等へのトナーの融着や凝集固着が発生することなく、低いトルクで、均一で安定したトナーの薄層コートが得られ、しかもトナーに対して充分な帯電を達成できる結果、ハーフトーンの濃度むらやゴーストの発生が抑えられた、環境変動に対しても、耐久においても、高画質画像が安定して得られる優れたトナーを提供することにある。

#### [0007]

【課題を解決するための手段】上記課題は、以下の本発明によって達成される。即ち、本発明は、少なくとも結着樹脂及び着色剤を含有するトナー粒子に水酸化マグネシウム微粒子が外添されていることを特徴とする現像用トナーである。

【0008】本発明者らは、現像の際のトナー供給部において、現像スリーブの回転部にかかる抵抗を軽減し、現像スリーブを回転させるために高いトルクを要さずに、均一で安定したトナーの薄層コートと、充分な帯電が与えられることを達成し得るトナーの開発を目的として鋭意検討した結果、トナー粒子表面に、水酸化マグネシウム微粒子を外添したトナーとすることにより上記の目的が達成できることを見いだして本発明に至った。即ち、上記のような構成を有するトナーによれば、ハーフトーンの濃度むらやゴーストの発生が抑えられ、環境変動や耐久によっても安定した高画質画像の形成が可能となることがわかった。

#### [0009]

【発明の実施の形態】以下、本発明の好ましい形態を挙げて、本発明をより詳細に説明する。本発明の現像用トナーは、結着樹脂及び着色剤を少なくとも含有するトナー粒子に、水酸化マグネシウム微粒子を外添させたこと 40を特徴とする。従来、現像装置のトナー供給部において現像スリーブの回転部にかかる抵抗を軽減させるためには、単にトナーの流動性を上げればよいと考えられていた。しかしながら、本発明者らの検討によれば、トナーの流動性を上げても、所望の均一なトナーコート状態と、充分なトナーへの帯電を得るためには、結局、トナー層の規制の強さを強める必要が生じる等、バランスをとることが難しかった。そこで、本発明者らは、現像スリーブの回転部にかかる抵抗を軽減させる方法として、トナーがトナー層厚規制部材とトナー担持体の間を通過 50

する際に生じる、これらの部材との間の摩擦を低下させることに着目して、種々な検討を行なった。この結果、水酸化マグネシウム微粒子をトナー粒子に外添させれば、トナーが、トナー規制部材とトナー担持体の間を通過する際に生じる摩擦を適度に低下させることができると共に、トナー担持体上に均一で安定した薄層コートが得られ、且つ、トナーに充分な帯電が与えられることがわかった。

【0010】本発明者らは、そのメカニズムを以下のよ うに考えている。水酸化マグネシウム微粒子が外添され たトナーが、トナー規制部材とトナー担持体との間を通 過すると、通過の際にトナー表面に付着している水酸化 マグネシウム微粒子がトナー規制部材とトナー担持体に コートされる。ここで、本発明において使用されている 水酸化マグネシウム微粒子は、非常に、潤滑性及び展延 性に富んでいるため、トナーと、トナー規制部材及びト ナー担持体の両部材との間の摩擦抵抗が適宜に軽減され ると共に、安定したトナーの薄層コートが得られる。更 に、水酸化マグネシウム微粒子は、トナーの帯電特性を 高める効果もあるので、充分な帯電量を有するトナーが 安定に供給される。以上の結果、ハーフトーンの濃度む らや、ゴーストの発生が抑制され、環境変動に対して も、耐久においても、高画質画像が安定して得られるも のと考えられる。従って、特に、本発明の現像用トナー は、弾性ブレードとトナー担持体とを当接させ、その間 にトナーを通過させてトナー層厚を規制する方式の現像 方法に用いられた場合に、大きな効果が得られる。

【0011】本発明の現像用トナーで外添剤として使用する水酸化マグネシウム微粒子は、平均粒径が $0.3\sim1.2\mu$  mの範囲内のものであることが好ましい。即ち、平均粒径が $0.3\mu$  m未満である場合には、トナー担持体や潜像担持体への汚染が発生する傾向がある。一方、 $1.2\mu$  mを超える場合には、トナー供給部において、トナー担持体の回転部の抵抗を適宜に軽減させる効果が低下してしまう傾向があり、又、トナーの帯電量を高める効果も低下し、本発明の効果が充分に発揮されない場合がある。

【0012】又、本発明で使用する水酸化マグネシウム 微粒子は、有機脂肪酸、有機脂肪酸塩、シランカップリング剤類、チタネート系カップリング剤類、アルミニウム系カップリング剤類等で疎水化処理されていることが 帯電の環境安定性等の点で好ましく、特に有機脂肪酸塩を用いた疎水化処理であると前述の効果が大きく、より好ましい。水酸化マグネシウム微粒子の疎水化処理に用いる有機脂肪酸又は有機脂肪酸塩としては、例えば、オレイン酸、ステアリン酸等の飽和脂肪酸、又はオレイン酸、エルカ酸等の不飽和脂肪酸でC10乃至C25程度のもの、又はそのアルカリ金属塩類が挙げられる。又、疎水化処理に用いられるこれらの化合物の使用量としては、水酸化マグネシウム微粒子100質量

30

部当たり、約0.1~10質量部が好ましい。

【0013】又、本発明の現像用トナーにおいて外添される水酸化マグネシウム微粒子の添加量は、トナー粒子の重量に対して0.03~0.5%の範囲内であることが好ましい。即ち、0.03%未満の場合には、本発明の効果が小さく、又、0.5%を超える場合には、カブリや感光体汚染を生じる傾向がある。

【0014】又、本発明の現像用トナーでは、上記の水 酸化マグネシウム微粒子に加えて、平均一次粒径30m m以下のシリカ、アルミナ、チタニア、或いはその複酸 化物の中から選ばれる第2の無機微粉体が更に外添され ている形態が、前述した本発明の効果がより効果的に発 揮され、現像性、流動性及び保存性を向上できる点から 好ましい。更に、上記で用いる第2の無機微粉体が、シ リコーンワニス、各種変性シリコーンワニス、シリコー ンオイル、各種変性シリコーンオイル、シランカップリ ング剤、官能基を有するシランカップリング剤、その他 有機硅素化合物、有機チタン化合物等の処理剤で、或い は、これらの種々の処理剤を併用して、疎水化処理され ていることが、帯電の環境安定性、耐久安定性等の点で 好ましい。中でも、少なくともシリコーンオイルで疎水 化処理された無機微粉体を第2の外添剤として用いるこ とが、特に好ましい。

【0015】又、本発明の現像用トナーに用いることのできる上記に挙げたような第2の無機微粉体は、BET法で測定した窒素吸着による比表面積が、 $30\,\mathrm{m}^2/\mathrm{g}$ 以上、特に $50\sim400\,\mathrm{m}^2/\mathrm{g}$ の範囲のものが好ましく用いられる。又、第2の無機微粉体の添加量は、トナー粒子に対して、 $0.1\sim8$ 質量部、好ましくは $0.5\sim5$ 質量部の範囲で使用するとよい。

【0016】本発明の現像用トナーでは、上記の構成に 更に、平均粒径 0.1~1.0μmの樹脂微粒子を外添 した形態とすると、本発明の効果がより効果的に発揮さ れるので好ましい。即ち、本発明の現像用トナーでは、 トナー粒子に、水酸化マグネシウム微粒子が外添されて いるが、これに加えて更に、平均粒径 $0.1 \sim 1.0 \mu$ mの樹脂微粒子を外添させることが好ましい。より好ま しくは、トナー粒子に、水酸化マグネシウム微粒子、及 び上記で説明した特定の第2の無機微粉体、更に、上記 の樹脂微粒子が外添された形態とすることが好ましい。 又、この際に使用する樹脂微粒子の形状は、球形である ことがより好ましい。即ち、樹脂微粒子の形状が球形で あれば、外添された場合に、トナーの流動性及び帯電安 定性に対して有効に働くが、不定形の樹脂微粒子を外添 させた場合には、トナーの流動性、帯電安定性が損わ れ、現像性に悪影響を及ぼすことがあるので好ましくな い。又、本発明の現像用トナーでは、平均粒径が0.1 ~1.0 µmの範囲の樹脂微粒子を使用する。即ち、こ の範囲外の大きさのものを用いると、現像性に悪影響を 及ぼす場合があるからである。又、樹脂微粒子の添加量 50 は、トナーに対して、 $0.01\sim0.5$ 質量部の範囲とすることが好ましい。

【0017】本発明の現像用トナーにおいては、特に、 窒素原子を含有する高分子化合物からなる球状の樹脂微 粒子を用いることが、前述の本発明の効果をより効果的 に発揮できるので好ましい。窒素原子を含有する高分子 化合物としては、例えば、アミノ基等の窒素元素を側鎖 に有する重合体、アミド結合を有する樹脂共重合体、メ ラミンーホルムアルデヒド樹脂、ベンゾグアナミンーホ ルムアルデヒド樹脂共重合体等が挙げられる。又、窒素 原子を含有する高分子化合物からなる樹脂微粒子は、そ れ自体が正帯電性を有するものが好ましい。窒素原子を 含有する高分子化合物からなる球状の樹脂微粒子が正帯 電性を有する場合には、本発明の効果がより高まる。本 発明においては、上記の中でも、メラミンーホルムアル デヒド樹脂、ベンゾグアナミンーホルムアルデヒド樹脂 共重合体からなる球状の樹脂微粒子を用いることが、特 に好ましい。

【0018】本発明において用いる上記で説明した水酸化マグネシウム粒子、無機微粒子、及び樹脂微粒子の平均粒径の測定は、先ず、電子顕微鏡で1万倍以上に拡大したこれらの粒子の写真を撮り、その写真上で、100個以上の粒子を無作為に抽出して粒径を測定し、これら値の平均値として求めた。又、本発明の現像用トナーの重量平均粒径は、 $10.0\mu$  m以下、より好ましくは  $8.0\mu$  m以下であることが好ましい。トナーの重量平均粒径が、 $10.0\mu$  m以下であると、高精細画像に対する再現性が高く、前述の本発明の効果が更に高まる。 尚、本発明においては、トナーの重量平均粒径は、コールター社製マルチサイザーにより測定した。

【0019】本発明の現像用トナーを構成するトナー粒 子は、少なくとも結着樹脂と着色剤とを含有する。トナ 一粒子を構成する結着樹脂には、下記の樹脂が用いられ る。例えば、ポリスチレン、ポリーpークロルスチレ ン、ポリビニルトルエン等のスチレン及びその置換体の 単重合体:スチレンーpークロルスチレン共重合体、ス チレンービニルトルエン共重合体、スチレンービニルナ フタリン共重合体、スチレンーアクリル酸エステル共重 合体、スチレンーメタクリル酸エステル共重合体、スチ レンーαークロルメタクリル酸メチル共重合体、スチレ ンアクリロニトリル共重合体、スチレンービニルメチル エーテル共重合体、スチレンービニルエチルエーテル共 重合体、スチレンービニルメチルケトン共重合体、スチ レンブタジエン共重合体、スチレンーイソプレン共重合 体、スチレンーアクリロニトリルーインデン共重合体等 のスチレン系共重合体;ポリ塩化ビニル、フェノール樹 脂、天然変性フェノール樹脂、天然樹脂変性マレイン酸 樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、ポリ酢酸ビニ ル、シリコーン樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタ ン、ポリアミド樹脂、フラン樹脂、エポキシ樹脂、キシ

レン樹脂、ポリビニルブチラール、テルペン樹脂、クマ ロンインデン樹脂、石油系樹脂等が挙げられる。中で も、特に好ましい結着物質としては、スチレン系共重合 体もしくはポリエステル樹脂である。

【0020】上記スチレン系共重合体に使用されるスチ レンモノマーに対するコモノマーとしては、例えば、ア クリル酸、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アク リル酸ブチル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸オクチ ル、アクリル酸-2-エチルヘキシル、アクリル酸フェ ニル、メタクリル酸、メタクリル酸メチル、メタクリル 10 酸エチル、メタクリル酸ブチル、メタクリル酸オクチ ル、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、アクリル アミド等のような二重結合を有するモノカルボン酸もし くはその置換体:例えば、マレイン酸、マレイン酸ブチ ル、マレイン酸メチル、マレイン酸ジメチル等のように 二重結合を有するジカルボン酸及びその置換体;例え ば、塩化ビニル、酢酸ビニル、安息香酸ビニル等のよう なビニルエステル類;例えば、エチレン、プロピレン、 ブチレン等のようなエチレン系オレフィン類;例えば、 ビニルメチルケトン、ビニルヘキシルケトン等のような ビニルケトン類;例えば、ビニルメチルエーテル、ビニ ルエチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のよう なビニルエーテル類:等のビニル単量体が挙げられ、こ れらが単独もしくは2つ以上用いられる。上記スチレン 系重合体又はスチレン系共重合体は架橋されていてもよ く、又、他の樹脂と混合してもよい。

【0021】結着樹脂の架橋剤としては、主として2個 以上の重合可能な二重結合を有する化合物が用いられ る。例えば、ジビニルベンゼン、ジビニルナフタレン等 のような芳香族ジビニル化合物;例えば,エチレングリ コールジアクリレート、エチレングリコールメタクリレ ート、1,3-ブタンジオールジメタクリレート等のよ うな二重結合を2個有するカルボン酸エステル;ジビニ ルアニリン、ジビニルエーテル、ジビニルスルフィド、 ジビニルスルホン等のジビニル化合物;及び3個以上の ビニル基を有する化合物;等が挙げられ、これらが単独 もしくは混合物として用いられる。

【0022】又、本発明の現像用トナーを構成するトナ 一粒子に用いられる着色剤としては、下記のものが挙げ られる。黒色着色剤としては、例えば、カーボンブラッ 40 ク、磁性体、以下に示すイエロー/マゼンタ/シアン着 色剤を用い黒色に調色されたものが挙げられる。

【0023】イエロー着色剤としては、例えば、縮合ア ゾ化合物、イソインドリノン化合物、アンスラキノン化 合物、アゾ金属錯体、メチン化合物、アリルアミド化合 物に代表される化合物が用いられる。具体的には、例え ば、C. I. ピグメントイエロー12、13、14、1 5, 17, 62, 74, 83, 93, 94, 95, 9 7, 109, 110, 111, 120, 127, 12 8, 129, 147, 168, 174, 176, 18

0、181、191等が挙げられ、これらが好適に用い られる。 【0024】マゼンタ着色剤としては、例えば、縮合ア ゾ化合物、ジケトピロロピロール化合物、アンスラキノ ン、キナクリドン化合物、塩基染料レーキ化合物、ナフ トール化合物、ベンズイミダゾロン化合物、チオインジ ゴ化合物、ペリレン化合物が挙げられる。具体的には、 例えば、C. I. ピグメントレッド2、3、5、6、 7, 23, 48; 2, 48; 3, 48; 4, 57; 1, 81; 1, 144, 146, 166, 169, 177, 184, 185, 202, 206, 220, 221, 2 54等が挙げられ、これらが好適に用いられる。 【0025】シアン着色剤としては、例えば、銅フタロ シアニン化合物及びその誘導体、アンスラキノン化合 物、塩基染料レーキ化合物等が挙げられる。具体的に は、例えば、C. I. ピグメントブルー1、7、15、 15:1, 15:2, 15:3, 15:4, 60, 6 2、66等が挙げられ、これらが好適に用いられる。 【0026】これらの着色剤は、単独又は混合し更には 固溶体の状態で用いることができる。本発明に用いる着 色剤は、色相角、彩度、明度、耐候性、OHP透明性、 トナー中への分散性の点から適宜に選択すればよい。 又、着色剤の添加量は、樹脂100質量部に対して、好 ましくは1~20質量部の範囲で添加して用いられる。 但し、黒色着色剤として磁性体を用いた場合には、他の 着色剤とは異なり、樹脂100質量部に対して、好まし くは30~200質量部の範囲で添加して用いる。 【0027】磁性体としては、例えば、鉄、コバルト、 ニッケル、銅、マグネシウム、マンガン、アルミニウ ム、珪素等の元素を含む金属酸化物等が挙げられる。中 でも、四三酸化鉄、γ一酸化鉄等、酸化鉄を主成分とす るものが好ましい。又、トナー帯電性コントロールの観 点から、硅素元素又はアルミニウム元素等、他の金属元 素を含有していてもよい。これらの磁性粒子は、窒素吸

着法によるBET比表面積が、好ましくは2~3m<sup>4</sup>/ g、より好ましくは3~28m'/gの範囲、更に、モ ース硬度が5~7の範囲である磁性粉を用いるとよい。 又、磁性体の形状は、8面体、6面体、球体、針状、鱗 片状等、種々の形状があるが、本発明においては8面 体、6面体、球体、不定型等の異方性の少ないものを用 いることが、画像濃度を高める上で好ましい。又、磁性 体の平均粒径は、0.05~1.0μmの範囲であるこ とが好ましく、より好ましくは $0.1\sim0.6\mu$ mの範 囲、更に好ましくは $0.1\sim0.4\mu$ mの範囲である。 【0028】又、本発明の現像用トナーには、加熱加

圧、定着時の定着部材からの離型性の向上、及び定着性 の向上の点から、次のようなワックス類をトナー粒子中 に含有させることが好ましい。例えば、パラフィンワッ クス及びその誘導体、マイクロクリスタリンワックス及 50 びその誘導体、フィッシャートロプシュワックス及びそ の誘導体、ポリオレフィンワックス及びその誘導体、カルナバワックス及びその誘導体が挙げられる。誘導体としては酸化物や、ビニル系モノマーとのブロック共重合体、グラフト変性物が挙げられる。その他、長鎖アルコール、長鎖脂肪酸、酸アミド、エステル、ケトン、硬化ヒマシ油及びその誘導体、植物系ワックス、動物性ワックス、鉱物系ワックス、ペトロラクタム等も利用できる。

【0029】本発明において好適に使用し得るこれらの低分子量ワックスとしては、重量平均分子量が、好ましくは3万以下、より好ましくは1万以下、更に好ましくは800~9,000範囲のものである。又、本発明の現像用トナー中におけるこれらの低分子量ワックスの添加量としては、バインダー重合体成分100重量部に対し、約1~20重量部程度とすることが好ましい。これらの低分子量ワックスは、トナー製造に際し、予め結着樹脂の形成成分中に添加、混合させておいてもよい。特に、重合体成分の調製時に、低分子量ワックスと高分子量重合体とを溶剤に予備溶解した後、低分子量重合体溶液と混合する方法でもよい。

【0030】本発明の現像用トナーには、更に、荷電制御剤をトナー粒子中に配合(内添)、又はトナー粒子と混合(外添)させることが好ましい。トナーを負荷電性に制御する荷電制御剤としては、下記物質が挙げられる。例えば、有機金属錯体、キレート化合物が有効であり、モノアゾ金属錯体、アセチルアセトン金属錯体、芳香族ハイドロキシカルボン酸、芳香族ダイカルボン酸系の金属錯体が挙げられる。他には、芳香族ハイドロキシカルボン酸、芳香族モノ及びポリカルボン酸及びその金属塩、無水物、エステル類、ビスフェノール等のフェノール誘導体類等が挙げられる。

【0031】又、正荷電性に制御する荷電制御剤として は、下記物質が挙げられる。例えば、ニグロシン及び脂 肪酸金属塩等による変性物; トリブチルベンジルアンモ ニウム-1-ヒドロキシ-4-ナフトスルフォン酸塩、 テトラブチルアンモニウムテトラフルオロボレート等の 四級アンモニウム塩、及びこれらの類似体であるホスホ ニウム塩等のオニウム塩及びこれらのレーキ顔料、トリ フェニルメタン染料及びこれらのレーキ顔料(レーキ化 剤としては、燐タングステン酸、燐モリブデン酸、燐タ ングステンモリブデン酸、タンニン酸、ラウリン酸、没 食子酸、フェリシアン化物、フェロシアン化物等)、高 級脂肪酸の金属塩;ジブチルスズオキサイド、ジオクチ ルスズオキサイド、ジシクロヘキシルスズオキサイド等 のジオルガノスズオキサイド:ジブチルスズボレート、 ジオクチルスズボレート、ジシクロヘキシルスズボレー ト等のジオルガノスズボレート類;が挙げられ、これら を単独或いは2種類以上組み合わせて用いることができ る。

【0032】上述した荷電制御剤は、微粒子状として用 50

いることが好ましく、この場合には、これらの荷電制御剤の個数平均粒径が、好ましくは $4\mu$ m以下、より好ましくは $3\mu$ m以下のものを用いるとよい。又、これらの荷電制御剤をトナーに内添させる場合には、結着樹脂100質量部に対して、好ましくは $0.1\sim20$ 質量部、より好ましくは $0.2\sim10$ 質量部の範囲で使用する。又、荷電制御剤をトナーに外添させる場合には、トナーに対して、好ましくは $0.05\sim2$ 質量部の範囲で使用する。

【0033】本発明の現像用トナーには、実質的に悪影響を与えない範囲内で、更に、下記に挙げるような他の添加剤を添加させてもよい。例えば、テフロン粉末、ステアリン酸亜鉛粉末、ポリフッ化ビニリデン粉末の如き滑剤粉末;酸化セリウム粉末、炭化硅素粉末、チタン酸ストロンチウム粉末、チタン酸カルシウム粉末の如き研磨剤;ケーキング防止剤、或いは、例えば、カーボンブラック粉末、酸化亜鉛粉末、酸化スズ粉末の如き導電性付与剤が挙げられる。

【0034】上記に説明したような構成を有する本発明 の現像用トナーは、従来公知の粉砕法或いは重合法の何 れの方法によっても作製できる。粉砕法では、例えば、 結着樹脂、着色剤としての顔料又は染料或いは磁性体、 その他必要に応じて、ワックス、金属塩或いは金属錯 体、荷電制御剤、その他の添加剤等からなるトナーの形 成材料をヘンシェルミキサー、ボールミル等の混合器に より充分混合してから、加熱ロール、ニーダー、エクス トルーダーの如き熱混練機を用いて溶融混練し、樹脂類 をお互いに相溶せしめた中に、金属化合物、顔料、染 料、磁性体を分散又は溶解せしめ、冷却固化、粉砕後、 分級、更に必要に応じて表面処理を行なってトナー粒子 を得、ヘンシェルミキサー等の混合機により、水酸化マ グネシウム微粒子、更に、必要に応じて第2の無機微粉 体、樹脂粒子等のその他の添加剤を添加混合して外添さ せることによって本発明の現像用トナーが得られる。 【0035】本発明の現像用トナーは、重合法によって トナーを製造することも可能である。懸濁重合法トナー では、例えば、重合性単量体、顔料又は染料、磁性体、 重合開始剤(更に必要に応じて架橋剤及びその他の添加 剤)、その他必要に応じて添加させる帯電制御剤等の各 種添加剤を、均一に溶解又は分散せしめて、トナー形成 材料である重合性単量体組成物を調製した後、該単量体 組成物、或いは、この単量体組成物を予め重合したもの を、分散安定性を含有する連続相中(例えば、水中)に 適当な撹拌機を用いて分散させて造粒し、同時に重合反 応を行わせて所望の粒径を有するトナー粒子が得られ る。更に、得られたトナー粒子に、上述の粉砕法トナー の調製の場合と同様にして、水酸化マグネシウム微粒子 等を添加混合して外添させることによって、本発明の現 像用トナーが得られる。

[0036]

40

11

【実施例】以下、実施例及び比較例を挙げて、本発明を より具体的に説明するが、本発明は何らこれらに限定さ\*

\*れるものではない。

(実施例1)

・スチレン-nブチルアクリレート-無水マレイン酸共重合体(ピーク分子量 =3万、Tg=60℃) 100質量部

·磁性体(酸化鉄)

・低分子量ポリエチレンワックス

・負帯電性制御剤 (アゾ系鉄錯体)

100質量部 3質量部 2質量部

上記材料を、130 に加熱された二軸エクストルーダで溶融混練し、冷却固化した混練物をハンマーミルで粗 10 粉砕し、該粗粉砕物をジェットミルで微粉砕した後、得られた微粉砕粉を固定壁型風力分級機で分級して分級粉を生成した。更に、得られた分級粉をコアンダ効果を利用した多分割分級装置(日鉄鉱業社製エルボジェット分級機)で超微粉及び粗粉を同時に厳密に分級除去し、重量平均粒径(D4)6.  $7\mu$  mの負帯電性磁性トナー粒子を得た。

【0037】次に、上記磁性トナー粒子100質量部に対し、ステアリン酸により表面処理された水酸化マグネシウム微粒子(平均粒径0.7 $\mu$ m)を0.2質量部、ジメチルシリコーンオイルとヘキサメチルジシラザンで疎水化処理された疎水性シリカ(一次平均粒径16 $\mu$ m)を1.2質量部、及びメラミンーホルムアルデヒド樹脂からなる球状の樹脂微粒子(平均粒径0.2 $\mu$ m)を0.1質量部、夫々添加してヘンシェルミキサーで混合し、本実施例の現像用トナー1を調製した。

【0038】上記で作製したトナー1を、図2に示すような構成の現像装置140に搭載し、該現像装置140を有する図1に示した画像形成装置によって画像を作成して評価を行った。具体的な現像装置の構成について、図2を参照しながら説明する。先ず、トナー担持体(現像スリーブ)102としては、引き抜き加工したままのアルミ円筒素管(外径:20mm)のスリーブ表面に導電性の樹脂被膜が設けられ、その内部に、現像極の磁束密度が90mTの4極マグネット104を内蔵させたものを用いた。このトナー担持体102の平均表面粗さは、Ra=1.1 $\mu$ mであった。又、上記のトナー担持体102上に当接されて、トナーの薄層コートを形成させるためのトナー規制部材103には、厚さ1.5mmのシリコーンゴムブレードをニップエンド1.0mmに設定して用いた。

【0039】上記の構成を有する現像装置140のトナー容器105内に、上記で得られたトナー1を200g充填し、トナー担持体102を120mm/secの周速で空回転させたところ、低トルクでも充分に安定したムラのない回転とトナーの薄層が形成されることを確認できた。又、空回転1分後のスリーブ上のトナーの帯電量を測定したところ、一13.5mC/kgであり、充分に帯電されていることが確認できた。

【0040】又、図1及び図2に示したように、感光体 50

100は、上記で説明したトナー担持体102に対峙して配置されているが、該感光体100には、直径が40 mmのOPCドラムを用い、トナー担持体102との最近接距離が300 $\mu$  mになるように設定した。又、図1に示したように、感光体100には、一次帯電ローラー117、露光手段121、転写ローラー114が配置されている。露光手段121としてはレーザー光123を用い、これにより、感光体100上へ600dpiで潜像を形成した。この際、感光体100上の潜像の電位が、暗部電位が一500V、明部電位が一150Vとなるように設定した。上記感光体100は95mm/sec、トナー担持体102は120mm/secの周速度で夫々回転させ、現像バイアスとして直流成分-350V、 $V_{pp}$ =1600V、周波数2300Hzの交流電圧を矩形波で印加した。

【0041】上記条件で、23℃/60%の環境下において3,000枚の印字テストを行い、以下の項目について現像用トナー1を評価した。この結果、評価結果を表2にまとめて示したが、いずれの項目においても良好な結果が得られた。

【0042】<ハーフトーン画像の均一性評価>上記現 の 像装置を用い、図4に示したような、印字比率50%、 25%、13%のハーフトーン画像を夫々出力させ、ハ ーフトーン画像の均一性を目視で観察して、下記の基準 で評価した。評価結果は、表2に示した。

(目視評価基準) ハーフトーン画像を目視で観察した場合に、ピッチムラ、もやもや等の濃度ムラが、全く気にならないものを $\odot$ 、殆ど気にならないものを $\circlearrowleft$ 、少し気になるものを $\circlearrowleft$ とし、かなり気になるものを $\textdegree$ として評価した。

【0043】<スリーブゴーストの評価>図5に示すような、トナー担持体1周分の長さのブロック状ベタ黒画像の下に、ハーフトーンの全面ベタが続く画像をプリントし、その際のスリーブゴーストの濃度差を求め、その値で評価した。即ち、濃度差の値が大きいもの程、スリーブゴーストの発生が顕著であることを示している。

【0044】 <現像スリーブ及び感光体の汚染>印字テスト後の現像スリーブ及び感光体の汚染を目視でチェックし、下記のランクで評価した。

◎:全く発生しない

○:ごく軽微な汚染があるが、画像への影響は全くない△:僅かに汚染による画像への影響があるが、実用上問

題ないレベル

×:汚染による画像の劣化が顕著

【0045】(実施例2)実施例1で使用した水酸化マ グネシウム微粒子を、シランカップリング剤により表面 処理された水酸化マグネシウム微粒子(平均粒径0.2) μm) 0.05質量部に変更した以外は実施例1と同様 にして、トナー2を調製した。得られたトナー2を用 い、実施例1と同様の方法で評価を行ったところ、表2 に示す通り、実施例1と遜色ない良好な結果が得られた が、3,000枚プリント後の感光体にトナー融着の発 10 生が見られた。しかし、画像への影響なく、実用レベル であった。

13

【0046】 (実施例3) 分級後のトナー粒子の重量平 均径を10.4μmとする以外は、実施例1と同様にし てトナー粒子を得た。実施例1で使用した水酸化マグネ シウム微粒子を、表面処理を施していない水酸化マグネ シウム微粒子(平均粒径1.5μm)0.4質量部に変 更し、球状樹脂粒子を添加しない以外は実施例1と同様 にして、トナー3を調製した。得られたトナー3を用 い、実施例1と同様の方法で評価を行ったところ、表2 に示す通り、実施例1の場合と比較すると若干劣るが、 充分に良好な結果が得られた。

【0047】(比較例1)実施例1で使用した水酸化マ グネシウム微粒子、及びメラミンーホルムアルデヒド樹 脂からなる球状の樹脂微粒子を添加せず、トナーの重量 平均粒径 (D4) を10.4μmとした以外は実施例1 と同様にして比較トナー1'を調製した。上記で得られ た比較トナー1'を用い、実施例1と同様の方法で評価\*

(実施例4)

ポリエステル樹脂(ピーク分子量=2万、Tg=67℃)

・カーボンブラック

・低分子量ポリプロピレンワックス

負帯電性制御剤(サリチル酸金属化合物)

\*を行ったところ、実施例1と同じ低いトルク域では現像 スリーブが回転しなかった。そこで、トルクを1.5倍 にしたが、充分に安定したムラのない回転とはならず、 安定したトナーの薄層を得ることができなかった。又、 空回転1分後のスリーブ上のトナーの帯電量を測定した ところ、-5.2mC/kgと、トナー1と比べて帯電 量も不充分であった。画像の評価においても、表2に示 したように、ハーフトーン画像の均一性、ゴーストとも に不充分な結果であった。

14

【0048】(比較例2~4)実施例1で使用した水酸 化マグネシウム微粒子の代わりに、それぞれ表1に示す ようにシリカ、アルミナ、酸化マグネシウムを添加し、 メラミンーホルムアルデヒド樹脂からなる球状微粒子を 添加せず、トナーの重量平均粒径(D4)を10.4 u mとした以外は、実施例1と同様にして、比較トナー 2'~4'を調製した。上記で得られた比較トナー2' ~4'を用い、実施例1と同様の方法で評価を行ったと ころ、いずれも実施例1と同じ低いトルク域では現像ス リーブが回転しなかった。そこで、トルクを1.5倍に したが、比較例1と同様に充分に安定したムラのない回 転とはならず、安定したトナーの薄層を得ることができ なかった。又、空回転1分後の現像スリーブ上のトナー の帯電量を測定したところ、表2に示す通り、トナー1 と比べて、帯電量も不充分であった。画像の評価におい ても表2に示したように、ハーフトーン画像の均一性及 びゴーストともに不充分な結果であった。

[0049]

8質量部 4質量部 2質量部

上記材料を、130℃に加熱された二軸エクストルーダ で溶融混練し、冷却固化した混練物をハンマーミルで粗 粉砕し、該粗粉砕物をジェットミルで微粉砕した後、得 られた微粉砕粉を固定壁型風力分級機で分級して、分級 粉を生成した。更に、得られた分級粉をコアンダ効果を 利用した多分割分級装置(日鉄鉱業社製エルボジェット 分級機)で、超微粉及び粗粉を同時に厳密に分級除去 し、重量平均粒径 (D4) 9. 2 μ mの負帯電性磁性ト ナー粒子を得た。

【0050】上記非磁性トナー粒子100質量部に対 し、ステアリン酸により表面処理された水酸化マグネシ ウム微粒子(平均粒径0.7μm)0.2質量部、ヘキ サメチルジシラザンで疎水化処理された疎水性酸化チタ ン(一次平均粒径12mm)0. 6質量部を夫々添加 し、ヘンシェルミキサーで混合して、本実施例の現像用 トナー4を調製した。

うな構成の現像装置140に搭載し、該現像装置140 を有する図1に示した画像形成装置によって画像を作成 して評価を行った。具体的な現像装置の構成について、 図3を参照しながら説明する。先ず、トナー担持体(現 像スリーブ)102としては、発泡ウレタンからなる中 抵抗ゴムローラー(外径:20mm)を用いた。又、ト 40 ナー塗布手段として直流バイアスを印加した塗布ローラ ー142を用いた。更に、上記のトナー担持体102上 に当接されて、トナーの薄層コートを形成させるための トナー規制部材103には、樹脂コートしたステンレス 製弾性ブレードを用いた。

100質量部

【0052】上記の構成を有する現像装置140のトナ ー容器105内に、上記で得られたトナー1を200g 充填し、トナー担持体102を120mm/secの周 速で空回転させたところ、低トルクでも、実用レベルの 安定したムラのない回転と、均一なトナーの薄層が形成 【0051】上記で作製したトナー4を、図3に示すよ 50 されることが確認できた。又、空回転1分後のスリーブ

上のトナーの帯電量を測定したところ、一19.7mC /kgであり、トナーが充分に帯電されていることを確 認できた。更に、トナー担持体102と感光体100を 図3に示すように当接して配置した状態で画像形成を行 なう以外は、実施例1と同様にして画像を形成し、実施\* 【表1】表1:現像用トナーの組成等

\*例1と同様の評価を行った。その結果、表2に示す通 り、実施例1に比較すると若干劣るが、充分に良好な結 果が得られた。

[0053]

		トナー	270774 0 1 2440		
	トナー	平均径 (μm)	水酸化マグネシウム	無機粉体	樹脂粒子
実施例1	トナー1 ( <b>磁性</b> )	6.7	ステアリン酸で疎水 化処理 平均粒径:0.7 μ m 添加量:0.2 部	ジメチルシリコーン オイル+ HMDS*	メラミンーホルム アルデヒド樹脂
実施例2	トナー2 ( <b>磁性</b> )	6.7	シランカップリング 剤で疎水化処理 平均粒径:0.2 μ m 添加量:0.05 部	疎水化処理シリカ  一次平均粒径:16nm  添加量:1.2部	形状:球状 平均粒径:0.2 μm 添加量:0.1 部
実施例3	トナー 3 ( <b>磁性</b> )	10.4	疎水化処理:無し 平均粒径:1.5 μ m 添加量:0.4部		無し
	トナー4 (非磁性)	9.2	ステアリン酸で疎水 化処理 平均粒径:0.7 μ m 添加量:0.2部	TiO <sub>2</sub>	無し
比較例1	比較 トナー1' (磁性)	10.4	無し		無し
比較例2	比較 トナー 2' (磁性)	10.4	無し、代わりにシリ カを添加 平均粒径:0.5μm 添加量:0.2部	ジメチルシリコーン オイル+ HMDS <sup>‡</sup> 疎水化処理シリカ	無し
比較例3	比較 トナー3' (磁性)	10.4	無し、代わりにアル ミナを添加 平均粒径:0.5 μ m 添加量:0.2部	一次平均粒径:16nm 添加量:1.2部	無し
比較例4	比較 トナー4' (磁性)	10.4	無し、代わりに酸化 マグネシウムを添加 平均粒径:0.5 μ m 添加量:0.2 部		無し

\* HMDS: ヘキサメチルジシラザン

[0054]

【表2】表2:評価結果

	17								18
	低トルク		空回転 ナー 1分後の ート トナー		ハーフトーン画像均一性 目視評価			スリーブゴースト	ブ・感光体
	工四种	状態	帯電量 (mc/kg)	50 %	25 %	13%	コメント	濃度差	の汚染
実施例1	殆ど抵抗なく 安定した回転	0	- 13.5	0	0	0	いずれのパ ターンも非 常に良好	0.01	0
実施例2	殆ど抵抗なく 安定した回転	0	<b>- 14.4</b>	0	0	0	50%のパ ターンでご く軽妙な ピッチムラ	0.03	△ (3000枚出 力後、感光 体にトナー 融着有り)
実施例3	かなり抵抗が 有るが、実用 レベル	4	- 7.8	۵	٩	Δ	全てのパ ターンでが 度 なが、実 レベル	0.04	0
実施例4	やや抵抗が有 るが、安定し た回転	0	<b>- 19.7</b>	Δ	Δ	Δ	全てのパ ターンで濃 度むらが、実用 レベル	0.01	0
比較例1	トルクを1.5 倍にしないと 回転せず、そ れでも回転に むらがある	×	- 5.2	×	×	×	全てのパ ターンで <b>濃</b> 度むら発生	0.12	0
比較例2	トルクを1.5 倍にしないと 回転せず、そ れでも回転に むらがある	×	- 5.8	×	×	×	全てのパ ターンで <b>濃</b> 度むら発生	0.14	0
比較例3	トルクを 1.5 倍にしないと 回転せず、そ れでも回転に むらがある	×	- 5.3	×	×	×	全てのパ ターンで <b>濃</b> 度むら発生	0.08	0
比較例4	トルクを1.5 倍にしないと 回転せず、そ れでも回転に むらがある	x	- 6.1	×	x	x	全てのパ ターンで <b>濃</b> 度むら発生	0.09	0

#### [0055]

【発明の効果】以上詳述した通り、本発明によれば、水 酸化マグネシウム微粒子を外添したトナーを用いること によって、現像のトナー供給部において回転部にかかる 抵抗を軽減し、低いトルクでも、均一で安定したトナー の薄層コートの形成が可能で、しかもトナーへの充分な 帯電が達成される結果、ハーフトーンの濃度ムラやゴー ストの発生が抑制された高い再現性の高画質画像が安定 して得られる現像用トナーが提供される。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の現像用トナーの画出し評価に用いた画 40 像形成装置の概略図である。

【図2】実施例1~3の現像用トナーの画出し評価に用 いた磁性一成分現像器の概略図である。

【図3】実施例4の現像用トナーの画出し評価に用いた 非磁性一成分現像器の概略図である。

【図4】現像用トナーの評価に用いたハーフトーン画像 パターンである。

【図5】現像用トナーの評価に用いたゴースト評価パタ ーンである。

# 【符号の説明】

100:感光体

102:トナー担持体(現像スリーブ) 103:トナー規制部材 (弾性ブレード)

104:4極マグネット

105:トナー容器 114:転写ローラー

116: クリーニング手段

117:一次帯電ローラー

121:露光手段

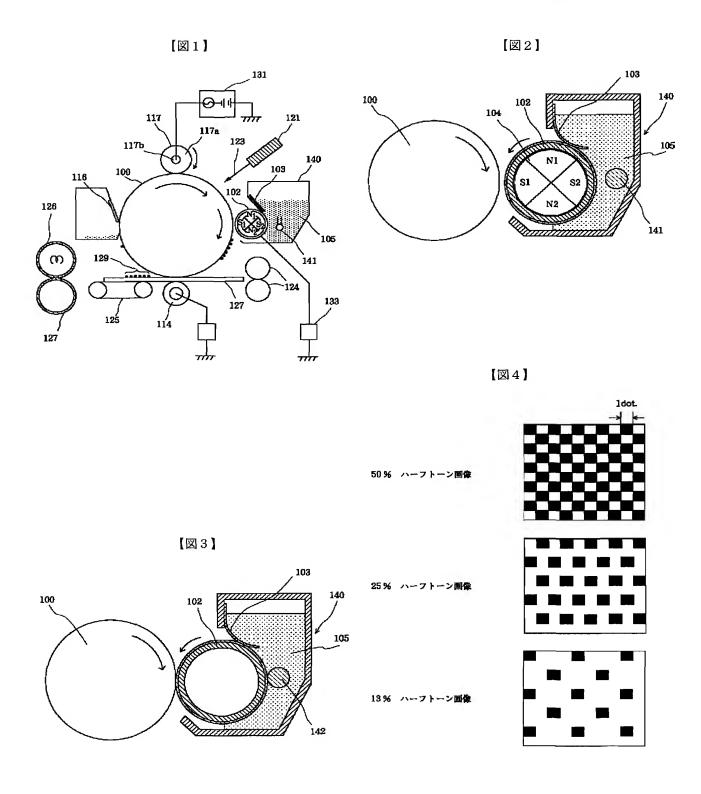
123:レーザー光

126、127:定着ローラー

129:トナー像

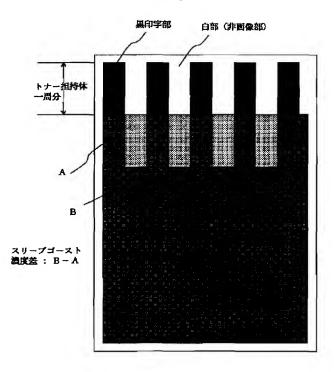
140:現像装置

142: 塗布ローラー



\_





フロントページの続き

# (72)発明者 唐木 由紀 東京都大田区下丸子3丁目30番2号

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

### (72)発明者 吉田 聡

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

F ターム (参考) 2H005 AA08 CA12 CA15 CA26 CA28 CB07 CB11 CB13 CB20 EA05 EA07